

① 日本国特許庁 (JP)
② 公開特許公報 (A)

③ 特許出願公開
昭55-110225

④ Int. Cl.³
G 02 F 1/19
C 09 K 9/00
G 09 F 9/00

識別記号

庁内整理番号
7348-2H
7229-4H
7129-5C

⑤ 公開 昭和55年(1980)8月25日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 10 頁)

⑥ 電気泳動型表示装置およびその製造法

⑦ 特 願 昭55-10155

⑧ 出 願 昭55(1980)2月1日

優先権主張 ⑨ 1979年2月2日 ⑩ スイス(C
H) ⑪ 1034/79-0

⑫ 発 明 者 クラウス・ミュラー
スイス国バーデン・イム・アイ
ヒタール 2

⑬ 発 明 者 アンドレアス・ツィメルマン
スイス国エムメンブリュツケ・
マッテンシュトラッセ 3

⑭ 出 願 人 ベー・ペー・ツエー・アクチエ
ンゲゼルシャフト・ブラウン・
ボヴェリ・ウント・コンパニー
スイス国バーデン・ハーゼルシ
ュトラッセ 16

⑮ 代 理 人 弁理士 矢野敏雄

明 細 書

1 発明の名称

電気泳動型表示装置およびその製造法

2 特許請求の範囲

- 互いに間隔を置いて存在しかつ少なくとも帯域的に2つの電極(4, 5)を備えるプレート(2, 3)を有するセルを有し、少なくとも観察者側のプレート(2)およびその電極(4)が透明であり、セル(1)は不活性の連続誘電液相(8)と、少なくとも部分的に視覚的に識別可能な電気泳動粒子(9, 10)よりなる分散固相とからなる懸濁液(13)を含有し、その際個々の電気泳動粒子(9, 10)はそのつど実際に液相(8)と同じ密度を有し、電気泳動粒子(9, 10)の少なくとも一部はセルの作動温度で固体で、高い温度において溶融可能な有機物質からなる被覆(10; 10, 11)で被覆されている顔料粒子(9)からなる、電気泳動型表示装置において、被覆物質が、電気泳動粒子(

9, 10)に限定された実際に単一の表面電荷ならびに限定された実際に単一の表面電位を与えるために電荷制御剤を含有することを特徴とする電気泳動型表示装置

- 電荷制御剤が少なくとも2価の金属と有機酸との塩もしくは錯化合物である、特許請求の範囲第1項記載の表示装置
- 電荷制御剤が被覆物質中に少なくとも部分的に固溶体の形で含有されている、特許請求の範囲第1項ないし第2項記載の表示装置
- 有機酸が少なくとも5個のC原子を含有する、特許請求の範囲第2項記載の表示装置
- 有機酸がカルボン酸、とくにモノカルボン酸である、特許請求の範囲第4項記載の表示装置
- カルボン酸が少なくとも8個のC原子、とくに12個のC原子を有する一塩基性酸である、特許請求の範囲第5項記載の表示装置
- 有機酸がアルカンカルボン酸もしくはアルケンカルボン酸である、特許請求の範囲第6

(2)

(1)

項記載の表示装置

8. 有機酸が高級脂肪酸、例えばステアリン酸もしくはオレイン酸である、特許請求の範囲第7項記載の表示装置
9. 有機酸が脂環式カルボン酸、例えばナフテン酸である、特許請求の範囲第5項記載の表示装置
10. 少なくとも2個の金属が第IIA族、第IIIA族、鉄族からのものもしくは銅(II)である、特許請求の範囲第2～第9項のいずれかに記載の表示装置
11. 被覆有機物質が実際に非極性の非プロトン性溶剤中に80～150℃の範囲内の温度において可溶の物質である、特許請求の範囲第1項～第9項のいずれかに記載の表示装置
12. 被覆物質が少なくとも部分的にロウ、例えば50～200℃、とくに50～100℃の範囲内の温度で溶融するパラフィン系ロウからなる、特許請求の範囲第1項～第9項のいずれかに記載の方法

(3)

15. 顔料粒子(9)およびロウを、ロウがサーモゾル化しうる実際に非極性の非プロトン性液体中で、該液体中でロウのサーモゾル化温度以下の温度において一緒にし、一緒に運動下に、該液体中でロウのサーモゾル化温度以上の温度に加熱し、次により形成した混合物を、サーモゾル化温度以下の温度に冷却する、特許請求の範囲第13項もしくは第14項記載の方法
16. 電荷制御剤および場合により界面活性剤を混合物の冷却前もしくはその間に添加する、特許請求の範囲第15項記載の方法
17. 電荷制御剤として少なくとも2個の金属と有機酸との塩もしくは錯化合物を使用する、特許請求の範囲第15項記載の方法
18. ロウ中で固溶体を形成しうる電荷制御剤を使用する、特許請求の範囲第16項もしくは第17項記載の方法
19. 電荷制御剤として、少なくとも5個、とくに少なくとも8個のC原子を含有する有機モノ

(5)

特開昭55-110225(2)

13. 表示装置の使用温度で液状の誘電媒体(8)中の被覆された視覚的に識別しうる固体の電気泳動粒子(9, 10)からなる懸濁液(13)をつくり、互いに間隔を保ちかつ少なくとも帯域的に電極(4, 5)を備えている2つのプレート(2, 3)を有するセル(1)に充填し、そのうち少なくとも観察側のプレート(2)とその電極(4)は透明であり、この場合懸濁液の製造のために顔料粒子(9)に少なくとも一層の被覆(10)を設ける、電気泳動型表示装置の製造法において、顔料粒子(9)の被覆(10)を、電荷制御剤を少なくとも部分的に被覆(10)の中へ混入するために、少なくとも1つの電荷制御剤の存在で形成することを特徴とする電気泳動型表示装置の製造法
14. 顔料粒子の被覆を、電気泳動粒子(9, 10)の大きさを制御するために少なくとも1つの界面活性剤の存在で形成させる、特許請求の範囲第13項記載の方法

(4)

- カルボン酸と周期律第IIA、第IIIA族、鉄族からの金属もしくは銅(II)との塩であるものを使用する、特許請求の範囲第17項もしくは第18項記載の方法
20. 電荷制御剤として高級脂肪酸もしくはナフテン酸のMg塩、Ca塩、Al塩、Fe塩、Co塩、Ni塩もしくはCu(II)塩を使用する、特許請求の範囲第19項記載の方法
21. 界面活性剤として、液体に可溶である非イオン界面活性剤を使用する、特許請求の範囲第14項～第20項のいずれかに記載の方法
22. 界面活性剤が多価アルコールと、少なくとも8個のC原子を有するモノカルボン酸とのエステル、例えばソルビタンモノー、ソルビタンジーもしくはソルビタントリオレートもしくはステアラートである、特許請求の範囲第14項～第21項のいずれかに記載の方法
23. 界面活性剤がアルコールもしくはフェノールとアルキレンオキッドからの化合物、例え

(6)

バイソニルフェノール／エチレンオキシド
縮合物である。特許請求の範囲第14項～第
21項のいずれかに記載の方法

24. 顔料粒子(9)を異なるサーモゾル化温度
を有するロウからなる若干の層(10, 11
)で被覆し、電荷制御剤が少なくとも最外層の
被覆層の形成の際に存在する。特許請求の範
囲第14項～第23項のいずれかに記載の方
法

25. 混合物からなる被覆された顔料粒子を分離
し、洗浄し、液状誘電媒体(8)中に懸濁させ
、この場合液状誘電媒体が、被覆のために使
用される実際に非極性の非プロトン性液体よ
りも小さい粘度を有する。特許請求の範囲第
15項～第24項のいずれかに記載の方法

3 発明の詳細な説明

本発明は、電気泳動型表示装置およびかかる
表示装置の製造法に関する。

電気泳動型表示装置(以下EPIDないしはEPID
セル(電気泳動型像表示装置)とも略称)は、デ

(7)

ゲン化炭化水素からなる一般に不活性の誘電
液相が存在し、該相中に微細な固相が分散され
ていて、固相の粒子は電気泳動的に活性である
(電気泳動粒子)、つまり隣接する電界の作用
下に正もしくは負の電極に移動する。

電気泳動粒子は誘電液相と、例えば対照色
および／または被覆作用によつて視覚的に異な
るので、電界ないしは電界範囲は、色および／
または濃淡の対照(ここでは電気泳動粒子の“
視覚的識別性”と呼称する)であれ、(粒子も
しくは／および液相が有色ないしは着色されて
いるか、または光(紫外線を含む)に対する吸
収性が異なるか否かは重要でなく)視覚的に見
えるようになる。このために実際に、液状誘電
体を、例えばその中に溶解している染料によつ
て着色することができおよび／または電気泳動
粒子が顔料粒子であつて、該顔料粒子が一方も
しくは他方の電極に対する電界の作用下に濃厚
となつて、誘電体に対して対照色もしくは対照
吸収を惹起する。

(9)

デジタルないしは英数字号もしくはアナログ情
報を描写するのに適当な公知のポジティブ電気泳
動型表示装置である。かかるEPIDセルおよび
その製造は、例えば米国特許第3668106
号明細書およびオータ等(1.01a et al.)の“
プロシーディング・オブ・ザ・IEEE”(1973
年7月)第832頁～第836頁に記載されて
いる。

このような表示装置のセルは、少なくとも帯
域的に電極層で被覆されている多くは平行な2
つのプレートとを有する。前方の、つまり観察側
のプレートが、その上に存在する電極層と同様
に透明であり、プレートは閉じた空隙を形成し
て互いに分離されている。

他の電気光学的表示装置に常用の形式で、電
極をセグメントに分割し、電極セグメントを選
択的に制御することにより、等電位電位を有す
る直なり合っている電極範囲において局部的に
制御された電界をつくることができる。

プレートないしは電極の間には、例えばハロ

(8)

実際に重要なのは、電気泳動粒子の懸濁液が
電界の不在で安定である、つまり該粒子は沈積
する傾向も浮遊する傾向もなくかつ実際に液状
誘導体と同じ密度を有することである。TiO₂
(密度=約4)のような代表的無機顔料は、
CCl₄(密度=1.59)のような液状ハロゲン
化炭化水素もしくは類似の誘電液よりも著しく
高い密度を有する。この密度差を補償するため
、電気泳動粒子をプラスチック(密度<1)、
例えばフェノール・ホルムアルデヒド縮合物も
しくはポリエチレンで被覆するかないしはカプ
セルに入れることは公知である。

しかしながら、公知被覆物質ないしはこれで
電気泳動粒子をカプセル^{包装する}する方法は、著しい
方法技術的ないしは時間的消費、例えばポール
ミル中での数回の処理を前提としかつカプセル
層の均一性がしばしば不十分である。

本出願人により、EPIDセルを製造する場合
無機顔料をカプセル包装するためにプラスチッ
クの代りにロウ、例えばパラフィンロウもしく

88

は低分子ポリアルキレンを使用する、これらの欠点を除くのに適当な提案（スイス国特許出願第1034/79号、1979年2月2日出願）がなされている。

被覆することによつて、 TiO_2 のような顔料のすぐれた性質は変らない。しかし、被覆された顔料粒子の表面の性質は、使用された被覆物質によつて定められる。電気泳動型表示装置を作動しうするため、つまり表示セル中で顔料粒子を外側から加えられる電界によつて移動させるためには、これらの粒子はできるだけ明瞭に限定された、単一の表面電荷ないしはできるだけ明瞭に限定された、単一の表面電位を有しなければならない。

顔料粒子の電荷を特定の電荷制御剤によつて、例えば「アプライド・スペクトロスコピー（Applied Spectroscopy）」第33巻、第2版、第107頁～第111頁（1979年）により、顔料粒子を懸濁液に添加されたポリアミンからのプロトン伝達によつて限定された方法で帯

00

動粒子の被覆、つまり顔料粒子を包む物質が少なくとも1つの電荷制御剤を含有することによつて達成しうることが判明した。

本発明により被覆のためにロウを使用することによりこれは殊に簡単になる。それというのも多く、殊にすぐれた電荷制御剤はロウに溶かし、簡単に被覆工程の途中で入れることができるからである。

従つて、本発明によれば電気泳動粒子として使用するために無機顔料のみならず、有機顔料にも、つまり有機顔料の場合のように電気泳動粒子の密度の液状誘電媒体自体の密度への適合が被覆なしでも可能であるときでさえも、被覆物質を設ける。

多かれ少かれ微細な固体を親油性にする目的のためにロウで被覆するかないしはカプセルで包む方法は、例えば米国特許第3161602号明細書から自体公知である。ここに記載されている方法は、溶融可能なロウを有機液体中で溶融し、溶融されたロウ、有機液体および固体

03

電させることによつて~~溶解~~することができるとは公知である。しかし、この電荷制御剤と顔料表面との間の制御された化学的交換作用の可能性は、この表面を被覆物質で被覆する場合には失なわれる。

さらに、上記の米国特許第3668106号明細書からは、誘電液中に、着色する目的のためにナフテン酸コバルト、ナフテン酸マンガンもしくはナフテン酸ニッケルのような物質を溶解することは公知であり、このような塩は電荷制御剤として有効である。

EPIDセルの誘電液に対する電荷制御剤の添加は非常に制限された有効性しかなく、さらに多くは誘電液の導電性が好ましくなく増加するという欠点を有する。

本発明の課題は、被覆された電気泳動粒子が明瞭に~~溶解~~された単一の表面電荷ないしはできるだけ明瞭に~~溶解~~された単一の表面電位を有する電気泳動型表示装置である。

これは意外に簡単かつ有効な方法で、電気泳

02

動粒子からなる3相系を形成させることによる。この方法は、本発明の目的のためにはあまり有利ではない。

本発明によるEPIDセルの懸濁液の製造には、例えば液状ハロゲン炭化水素、液状もしくはパラフィン系炭化水素のような非極性の非プロトン性溶媒を作業媒体として使用しかつ常温で作業媒体にほとんどまたは全く溶解しないが、作業媒体の沸点温度以下で溶融し、比較的明確に~~溶解~~される膨潤温度を上廻つた場合に完全に（任意の混合割合、例えば約100重量部までもしくはかなりの程度、例えば10～50重量部まで）作業媒体に溶解し、次いで冷却し、膨潤温度を下廻つた場合に再び沈殿するような固体を被覆物質として使用するのが有利である。

不定の溶解度/温度曲線のこの効果をここでは「サーモゾル化効果」と略称する。それというのも溶媒和なる呼称は添加剤の使用を前提とし、従つて一次的に熱により制御可能な効果ではないからである。

04

被覆物質としてすぐれているロウは殊に50～150℃の範囲内の溶融温度を有するパラフィンロウおよびポリアルキレンロウである。かかる物質の分子量は多くは2000～約10000の範囲内にある。工業用パラフィン、殊に微晶性パラフィンおよび低分子ポリエチレンもしくはポリプロピレンを例として挙げることができ、工業的に“ポリオレフィンロウ”として入手できる。かかる天然産のものを含めて他のロウも使用できる。

電荷制御剤としては、殊に第IIAおよび第III A族ならびに鉄族の2価もしくは多価金属、つまりMg、Ca、Al、Fe、Co、NiおよびさらにはCu(II)およびZnの有機塩(錯塩を含む)が有利に使用され；塩の有機成分としては一般に、プロトン性ないしはプロトン化可能の水素原子を有する有機化合物の残分である。これには、カルボン酸以外にスルホン酸および類似の酸、アルコールないしはフェノール等も入る

09

電荷制御剤は有利に被覆物質、殊にロウに、少なくとも部分的に固溶体の形で可溶である。これは特に、前記金属と有機酸、殊に少なくとも5個のC原子を有するカルボン酸、有利に少なくとも8個、特に12個のC原子を有する一塩基性酸の塩である。例としてアルカンカルボン酸、殊に飽和高級脂肪酸、例えばステアリン酸もしくはオレイン酸ないしは相応するアルケン酸が挙げられる。他のカルボン酸、例えばナフテン酸のような芳香族もしくは脂環式カルボン酸も、電荷制御剤として使用しうる塩の酸残基の形成のために適当である。

本発明による電気泳動型表示装置の製造のためには、前記種類の電荷制御剤の存在において顔料粒子の被覆を形成させる。顔料としては、 TiO_2 、 ZrO_2 、 ZnO 、 Al_2O_3 、 BaSO_4 、 CdS 、 ZnS および CaCO_3 のような無機物質もしくはベンザイエロー、ヘリオゲンブルー等のような有機物質が挙げられ、これらは多くは工業的に入手できる。

09

被覆された電気泳動粒子の平均粒度は、一般に電極間距離の約 $\frac{1}{10}$ 、例えば50～200 μ である。例えば被覆された顔料粒子が0.1～20 μ の代表的範囲内の平均直径を有すべき場合には0.05 μ ～10 μ の範囲内の顔料粒度が挙げられる。

電気泳動粒子の製造のためには、EPIDセルの懸濁液の液相として役立つ非プロトン性の非極性溶媒もしくは溶媒混合物(作業媒体)中で作業することができる。特に、EPIDセルの液相は有利に低粘度であり、作業媒体は比較的粘稠であつてもよく、この場合多くは望ましい高い沸点ないしは沸点範囲(例えば70～150℃)を有する。EPIDセルの懸濁液の液相として作業媒体の使用は、被覆され、被覆中に電荷制御剤を含有している電気泳動粒子を有利に被覆物質に対する易揮発性有機非溶剤(室温で)で洗浄処理するのが望ましいので多くの場合あまり有利でない。

有利に、顔料粒子を被覆するための作業媒体

09

には被覆物質および電荷制御剤以外に、作業媒体に可溶の非イオン界面活性剤も添加される。このような界面活性剤の例は、少なくとも8個のC原子を有する多価アルコールとモノカルボン酸のエステル、例えばソルビタンモノー、ソルビタンジーもしくはソルビタントリオレートもしくは一ステアラート、ならびにアルコールもしくはフェノールとアルキレンオキシドとからの縮合物、例えばイソノニルフェノール/エチレンオキシド縮合物である。界面活性剤添加によつて、被覆された電気泳動粒子の大きさを制御するかないしは均一にすることができる。

有利に、電気泳動粒子の製造のためには、顔料粒子およびロウを、ロウがサーモゾル化可能である実質的に非極性で非プロトン性の液体中で、液体中でのロウのサーモゾル化温度以下の温度で一過にし、一過に運動下に液体中でのロウのサーモゾル化温度以上の温度に加熱するように作業し；次いでこうして形成した混合物をサー

09

モノル化温度以下の温度に冷却する。

与えられた作業媒体中での与えられたロウのサーモノル化温度は、小数の簡単な実験および説明化温度ないしは懸濁温度の測定によつて容易に確めることができる。一般に、この温度は30～150℃、特に50～100℃の間にある。

作業媒体中の被覆物質の濃度ないしはこの濃度対顔料濃度で、時間／温度の値を変えることによつても被覆の厚さを調節することができる。

例えば、上記粒度を有する顔料は、顔料粒子少なくとも10重量%および被覆ロウ少なくとも10重量%よりなる混合物を使用し、この混合物を、混合物の重量よりも少なくとも3倍大きい量の作業媒体、例えば流動パラフィンを使用する場合、同様に上記粒度範囲内の電気泳動粒子にすることができる。

同様に作業媒体中へ入れる電荷制御剤の量は、例えば有利に、半径約1μの粒子に対し50

～100の電荷が加えられるように定めることができ、これにより $10^{-4} \sim 10^5$ (cd sec⁻¹ Volt⁻¹)の大きさの十分な電気泳動の可動性が生じる。電気泳動粒子は、代表的に電荷制御剤少なくとも約0.01～約10重量%、特に約1重量%を含有している。これは多くは、被覆物質の重量の約0.02～20%である、作業媒体中の濃度に相当する。

界面活性剤は作業媒体に殊に被覆の厚さないしは均一性を制御するために、例えば電荷制御剤の量にほぼ一致する量で加えられる。界面活性剤は、電気泳動粒子がなお液状の被覆により粘着するのをさけるのにも役立つ。一般に、完成電気泳動粒子1個は顔料芯1個以上を含有していてもよい。

多くの場合、全被覆工程の間強力に攪拌する。被覆された顔料粒子は、作業媒体からの有利な分離および有利な洗浄後、しかし多くは特別に乾燥しないで、EPIDセルに使用される誘電液、例えば「フレオン(FREON)」-113の

09

00

ような弗素炭化水素と流動パラフィンとの混合物に、例えば短時間の超音波処理で分散させる。次いで、懸濁液を自体公知の方法でセルに充填し、この中に封入することができる。

本発明のすぐれた実施態様を図面および次の実施例につきさらに説明する。

図示のセル1は、非発光性の反射性表示を提供する。機能原理は、不活性誘電液中での電気泳動粒子9、10の図に矢印で記載した方向における輸送に基づく。電気泳動粒子9、10と多くは着色された誘電液8とからなる懸濁液13は、2つのプレート2、3と縁側のガラスロウ接材6とから形成される空所中に存在する。プレート2、3（そのうち少なくとも観察者12に面した前方のプレート2は透明である）は、互いに向合つた面に電極4、5を備え、そのうち少なくとも前方の電極4は透明である。今、電極7を用いて電極4、5に相応する方向の電圧電流を加えることによつて、粒子9、10が透明な前方の電極4に付着すると、粒子9、

00

10の色が見えるようになる。しかし、反対方向の電圧（それとともに電極4、5の間で反対方向の電界）を加えることによつて粒子9、10が後方の電極5に運搬されると、不活性誘電液8の色が見えるだけである。EPIDセル1の申分のない機能発揮にとつて重要なのは、既に示唆したように、粒子9、10が液体8中で真正に懸濁されていること、つまり液体8中で重力に比して優勢な運動方向を有しないことである。これに対する前提条件は、粒子9、10が液体8と同じ密度、つまり同じ比重を有することである。このために、顔料粒子9には被覆層10もしくは10、11が設けられている。この場合、すべての顔料粒子9が、単一な大きさであるかないかは無視して、顔料・被覆の質量比によつて制限される。すべての被覆された粒子9、10ないしは9、10、11の比重が大体において同じ値を有するという条件を満足する被覆層10ないしは10、11を有することが重要である。この場合、EPIDセルの作動特

02

作は電力の場合における表示配向とは独立である

図面のセル1の製造は、懸濁液13の形成を除き、自他公知の方法で行なうことができる。これは、表示装置の電気の制御についても言える。次例に、懸濁液13の製造を説明する。

例 1

(A) 本発明による電気泳動粒子を製造するための作業媒体としては、イソパラフィン系構造を有する、接触的合成によつて得られる液状炭化水素からなり、実際に極性成分および反応性成分を含有せずかつ1重量%以下の芳香族成分含量を有する工業用脂肪族溶剤を使用した。該溶剤は116~142℃の融点範囲 (ASTM D86により測定)、0.72の密度 (ASTM D287による、15℃) および20℃で1.4041の屈折率 (ASTM D1218による) を有する。この種の溶剤は市場で、例えばエッソ (ESSO) 社の "イソパール" (ISOPAR) なる商標で入手できる。本例で

四

けると、懸濁もしくは澄明な溶液からのロウの沈殿が生じる。

顔料粒子をロウで被覆するためには、サーモゾル化点をまず下方から上方へ、次いで上方から下方へ、顔料粒子をロウで被覆するために、有利に混合物を絶えず攪拌しながら通過しなければならない。

室温に冷却した混合物を濾過し、濾液、つまりロウで被覆された顔料粒子を冷ヘキサンで洗浄して付着せる "イソパール" 溶剤を除去する。しかし、定量的除去は一般に重要ではない。

(C) こうして得られる、ロウで被覆された顔料粒子9, 10を0.3gの量で、EPID懸濁液の製造のために、流動パラフィン (Perliquidum, DAB6、密度0.83~0.87、最高粘度約65cp) 5mlと1, 1, 2-トリクロルフルオロエタン (Fluka社、底91440、商標 "ORNETRON" もしくは "FREON" 113) 5mlからなり、対照染料としてフェットブ

四

特開昭55-110225(7)

使用した溶剤は "イソパール" K型であつた。

(B) この溶剤100mlに室温 (20~25℃) で攪拌下に下記のものを懸濁させた:

無機顔料 (TiO₂、平均粒度 $\leq 1 \mu$; Merck

社の製品、808型) 5g

被覆物質、即ちロウ (BASF社のポリエチレンロウ、0A型、融点89~99℃、

分子量 < 10000) 5g

界面活性剤、即ちソルビタントリステアラート

(Atlas-Chemie社の市販品 "SPAN 65") 0.5g

電荷制御剤、即ちオレイン酸銅 (Riedel de

Haen社製品) 0.5g

混合物を連続的に攪拌しながら100℃に加熱し、次いで室温に冷却する。溶剤中のポリエチレンロウのサーモゾル化点 (別の実験で測定) は85℃であつた。この温度もしくはこれよりも僅かに高い温度で、それまで固体のロウは急速に溶剤混合物に溶解して澄明な均一相を形成する。サーモゾル化点を下

四

ル-B30%を溶解含有している混合物 (誘電率 $\epsilon \approx 8$) 中で攪拌し、混合物を約10秒間超音波 (Heat-Systems-Ultrasonics, Inc. 社の装置 "SONICATOR") で均質にし、懸濁液13としてEPIDセル (図面によるテストセル、両方のプレートはガラス製、透明な電極、1つの電極はセグメント化、プレート間距離100 μ) に充填した。

(D) 懸濁液13はEPIDセル中で非常に良好な性質を示した:

(a) 電気泳動粒子9, 10は非常に細かくかつ均一に分散されていた; 粒子直径約2 μ に粒度分布の鮮明な最大が確認された。

(b) 粒子は^{限定}された負電荷を示した; 対照^{限定}比は5:1~10:1の間にあつた。電荷^{限定}の^{限定}は電気泳動粒子の移動の顕微鏡的観察によつて立証された。すべての粒子は、電極の場合 (25Vの直流) において電極の間に実際に等しい速度で一方の電極から相対する電極へ移動した。作業速度ないしは

四

移動速度は高く、つまり一方の電極から他方の電極への電気泳動による移動につき0.1~0.2秒の間であつた。

例 2

例1におけるように作業したが、但しポリエチレンロウ5gに対し付加的に第2の被覆物質として硬質パラフィン(DAH 6、融点=50~62℃)を使用した。

予備実験において確かめた、このロウのサーモソル化点は約45℃であつた。100℃から室温に冷却する際に、顔料粒子9上にまずポリエチレンロウからなる内側層が析出し、次に硬質パラフィンからなる外側層11が析出した。

他は同じ方法で製造した懸濁液13は試験で、例1におけると同様で、部分的にはそれよりも良好なすぐれた性質を示した。1ヶ月後に繰返した実験で、不利な変化の示唆は生じなかつた。

例 3

例2におけるように、しかしオレイン酸銅の

20

セルには不適当であつた。電気泳動粒子の速度は50~100μの最大寸法を有することが確認された。粒子電荷は不十分に~~定め~~されており、これにより反対極性の表示セグメント間の劣悪なコントラスト比が生じ、反射した光の強さ比は1:1よりも小さかつた。

例 6 (比較例)

例2に従つて、しかし工程(B)における電荷制御剤を省略して作業した。

得られた懸濁液は、RPIDセルの作動には不適当であつた。それというのも粒子電荷は不十分、つまり劣悪に~~定め~~されていた：プレート間における粒子の電気泳動による移動の顕微鏡観察の際に、そのつど若干の粒子9, 10, 11が一方の電極4に移動し、他方の粒子9, 10, 11が他方の電極11に移動したので、両極の電荷符号の粒子を認めることができた。対照比は2:1よりも小さく、懸濁液は静止状態で不均一なしみ状外観を有していた。

しかし、粒子の分散度は良好、つまり高くか

21

特開昭55-110225(8)

代りに電荷制御剤としてナフテン酸コバルト(品質"praktisch"; Fluka社の製品No 60830)を使用して作業した。例2におけると実際に等しい良好な結果が得られた；対照比は7:1であつた。

例 4

例2におけるように、しかしオレイン酸銅の代りに電荷制御剤としてステアリン酸アルミニウム(純粋、Riedel de Haen社の製品No 26402)を使用して作業した。実際に等しく良好な結果が得られた。しかし、得られた粒子電荷は先行実施例~~と~~とは~~正~~相違であつた。

4字加入
6字609

例 5 (比較)

例4に従つて、しかし次の変更を加えて作業した：

界面活性剤および電荷制御剤を、工程(B)で被覆の際にではなく、工程(C)で誘電相Bに添加した。

こうして得られた懸濁液は、まず既に不十分に高くかつ不十分に均一な分散度のためRPID

22

と同形で、約2μの粒子直径に鮮明な最大の粒度分布を有していた。

例 7 (比較例)

比較例6におけるように、しかし工程(C)における誘電相Bに電荷制御剤としてオレイン酸銅50μを添加した変更を加えて作業した。得られた分散液13はRPIDセルの作動には不適当であつた。それというのも顔料粒子は電界を加えた際に直ちに電極に付着したままであり、電界が逆転した際には運動することができなかつた。従つて、粒子は安定な電荷を有していた。しかし懸濁液の分散度は良好であつた(高くかつ同じ形)。

この実験は、液状の誘電媒体に溶解し、顔料粒子の被覆に溶解しなかつた電荷制御剤は、被覆された粒子9, 10, 11の分散度が良好であるときでも有利な作用を有しないことを示す。

比較例5~7は、電荷制御剤の存在が被覆の際には重要であることを示す。明らかに、本発

23

明により使用されるような電荷制御剤は、被覆物質、有利にロウに固溶体の形式で溶解し、試験結果によれば EPID セル中で懸濁液 13 の液状誘電媒体 8 によつても実際に重要な程度には浸出されない。さらに比較例は、液状の誘電媒体 8 に含まれているが、被覆層 10 ないしは 10, 11 には含まれていない電荷制御剤は明らかにかゝら被覆層中に、例えば被覆層中への移動によつて十分に集まることができないことを示す。このことは、すぐれた被覆物質中でのこで使された電荷制御剤の良好な溶解度を考慮すれば驚異的である。低分子ポリオレフィンロウのようなロウが EPID セルにおいて使用するための無機もしくは有機顔料の被覆物質として、ポリエチレンプラスチックのようなポリオレフィン系プラスチックに比して著しい利点を提供することも同様に驚異的である。

上記実施例 1~4 に記載された物質および作業条件はこの記載につき変更しうることとは明らかである。例えば、 TiO_2 の代りに他の公知無

80

機顔料、さらには公知有機顔料も、被覆中へ電荷制御剤を導入することによる利点（つまり無機顔料にとり従来極めて重要な密度の補償だけでなく）はどちらの場合にも得ることができるので、使用することができる。この場合すぐれた群のロウ、殊にポリオレフィンロウは、100~7000、殊に 100~3000 の熔融粘度（120℃ないしは 140℃における）を有する。

界面活性剤も変えることができ、非イオン界面活性剤を他の界面活性剤により交換することは別として、これに関して適当な電荷制御剤、例えばオレイン酸銅は界面活性剤の機能を全部もしくは部分的に引受けることができる。

さらに、例 1 の工程 (B) において形成した混合物の電荷制御剤は、加熱後（被覆物質のサーモゾル化）で、サーモゾル化温度以下の温度に冷却前に添加することができる。個々の電荷制御剤ないしは界面活性剤の代りに、かかる物質の混合物も使用することができ、作業媒体用

81

有機液体も懸濁液 13 も変更することができる。一般に、界面活性剤、殊に電荷制御剤はサーモゾル化被覆物質に溶解し、この中で固化した後にも同溶体の形式で分子状に分散したままであることが望ましい。

主要パラメータ、つまり電気泳動粒子 9, 10 ないしは 9, 10, 11 の電気泳動の可動性ないしは移動速度および電荷量子化して評価するためには、近似法で次の方程式 (1) を用いることができる：

$$U_{ep} = \frac{\zeta \epsilon}{6\pi\eta} = \frac{Q}{6\pi\eta r} \quad (1)$$

但し

U_{ep} = 電気泳動の可動性、例えば 10^{-5} (cm sec⁻¹ Volt⁻¹)

ζ = 顔料粒子の界面動電位、例えば ±100mV

ϵ = 懸濁媒体の誘電定数、例えば 2, 3

Q = 個々の粒子の電荷、例えば ±100e⁻

r = 粒子半径、例えば 1 μ

η = 媒体の粘度、例えば 1 cP

82

同様に近似法による計算のためには方程式 (II)

$$v_{ep} = U_{ep} \cdot E \quad (II)$$

が適当である：

但し

v_{ep} = 電気泳動的移動速度

E = 電界の強さ

v_{ep} の例としては次の配向関係式が妥当である：

3000V/cm における v_{ep} = 30V/セルの厚さ：

$$300 \mu \cdot \text{sec}^{-1}$$

もしくは 0.3 sec/セルの厚さ

EPID セルの組立、製造、作動および適用に關する本発明の他の変更法は、当業者の常識の範囲内にある。

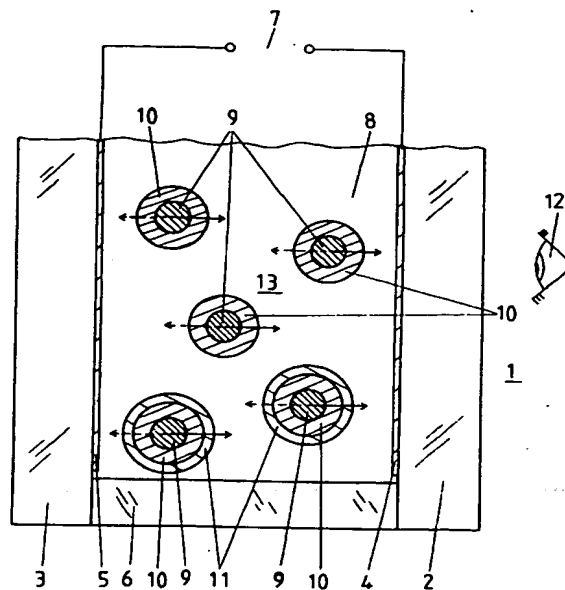
4 図面の簡単な説明

図は本発明による電気泳動型表示装置の略示断面図である。

1…電気泳動型表示セル、2…前方プレート（透明）、3…後方プレート、4…前方電極（

84

透明)、5…後方電極、6…ガラスロウ接材、
7…電源、8…誘電液相、9…顔料粒子、10
…破膜層、11…第2破膜層、12…観察者、
13…誘電液相中の破壊された顔料粒子の懸
濁液



代理人 井理士 矢野 敏 雄